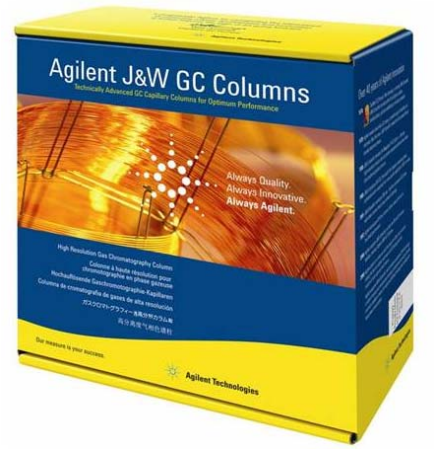
Agilent CP-Sil 88 カラムによる cis/trans 異性体群を含んだ 脂肪酸メチルエステル（FAME）の分析



＜要旨＞　CP-Sil 88 カラムの液相は、高い含有率のシアノプロピル基を持っています。液相の極性が非常に高いため、沸点や極性の差が小さい位置異性体および幾何異性体に対して高い選択性を持っています。cis/trans 異性体が数多く存在する脂肪酸メチルエステル（FAME）の分析にとって、CP-Sil 88 カラムは非常に適合性の高いカラムです。本アプリケーションノートでは、公定法の一種である AOAC 996.06 に準拠した分析方法を用いて、CP-Sil 88 カラムが持つ FAME の分離性能の検討を行いました。

Key Words: CP-Sil 88 カラム、脂肪酸メチルエステル、AOAC 996.06、リテンションタイムロッキング

＊＊＊＊＊＊＊

1. はじめに

近年、北・南米やアジア等において食品油脂中に含まれるトランス脂肪酸の含有量表示の義務化が進んでいます。日本においても同様に、トランス脂肪酸の含有量表示の義務化が検討されています。2011 年 2 月に消費者庁より開示された指針では、トランス脂肪酸含有量を表示する場合は、栄養表示枠内に、一般表示成分や飽和脂肪酸、コレステロールと併せて表示することが決定しています。また、分析方法をホームページで明記し、表示されたトランス脂肪酸含有量が正確である合理的根拠を示す必要があります。トランス脂肪酸の分析はすでに AOAC、AOCS といった機関の公定法が存在するため、前処理、分析条件およびカラムの種類は公定法に準拠されます。非常に高い極性を持つ CP-Sil 88 カラムは、AOAC、AOCS に指定されているカラムと同等品です。CP-Sil 88 カラムを用いることで、公定法に則った正確な脂肪酸分析を行えます。また、CP-Sil 88 カラムは以前紹介した HP-88 カラム（GC-201103AZ-001 を参照）と同等の選択性を持っています。

本アプリケーションノートでは、CP-Sil 88 カラムを用いて標準品の FAME 混合物や代表的な不飽和脂肪酸を持つ不飽和度 1～3 で炭素数 18 の cis/trans 異性体群の分析を行いました。CP-Sil 88 カラムが FAME 分析に十分な分離性能を持つことを報告します。

2. 実験

FAME の分析には、AOAC 996.06 に準拠した分析方法を用いました。分析条件を以下記します。

分析条件
装置 : Agilent 7890GC
カラム: CP-Sil 88 (100 m, 0.25 mm, 0.2 µm)
注入量 : 1 µl
注入モード : スプリット 20:1
注入口温度 : 250℃
オーブン : 100°C (4min) - 3°C/min - 240°C (15min)
キャリアガス: He
カラム流量 : 約 1 ml/min C18:0 を 41.57min にリテンションタイムロッキング（RTL）
分析時間: 65.7min
FID: 250°C（メークアップガス N2）

FAME の分析には、市販の標準品であるスペルコ 37 種 FAME ミックス（SIGMA-ALDRICH 社製、カタログ番号 47885-U）と C18:1～3 の cis/trans 異性体群（SIGMA-ALDRICH 社製、カタログ番号 47791・47792・47198・47199・46904・46905-U）を用いました。

3. 結果

37 種 FAME ミックスのクロマトグラムを Fig.1 に示します。AOAC に準拠した手法で、37 種全ての成分が完全に分離できました。このクロマトグラムが示すように、cis 体の C18:1n9c とその trans 異性体の一種である C18:1n9t、cis 体の C18:2n6c（リノール酸）とその trans 異性体の一種である C18:2n6t が完全に分離できています。さらに CP-Sil 88 カラムが持つ

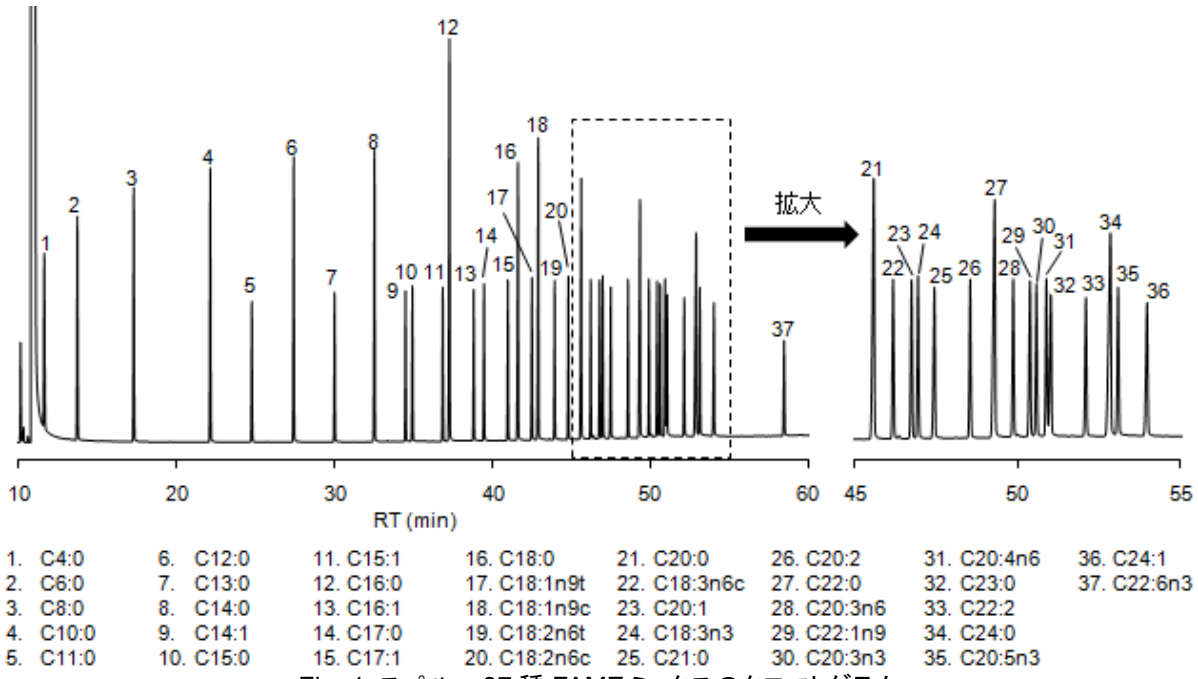


Fig. 1 スペルコ 37 種 FAME ミックスのクロマトグラム

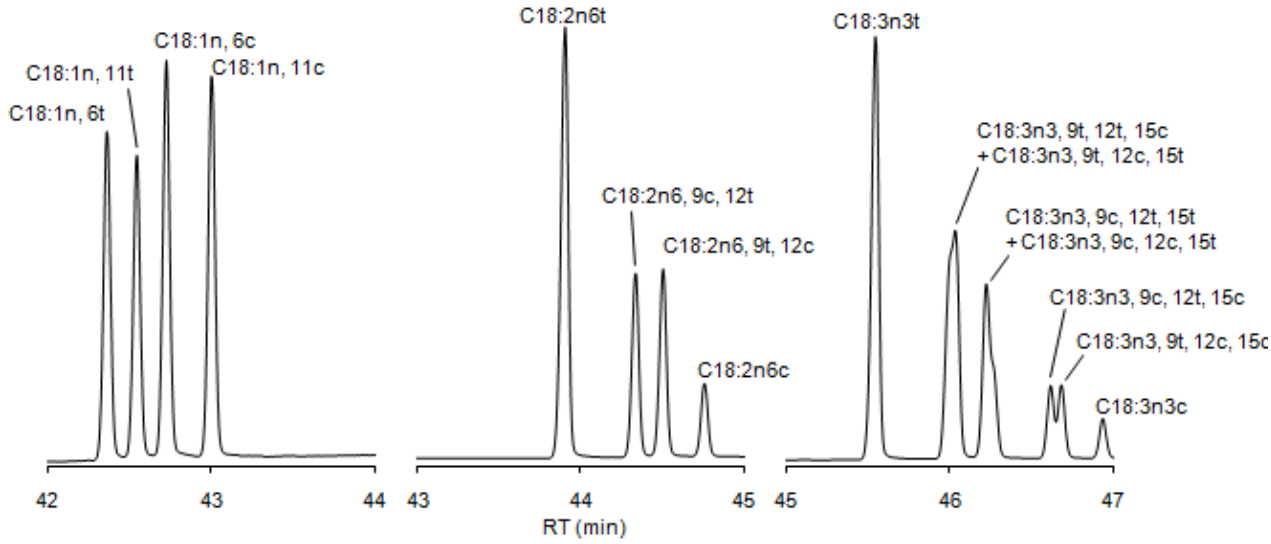


Fig. 2 cis/trans C18 FAME のクロマトグラム

cis/trans 異性体の分離能力を評価するため、不飽和度が 1、2、3 の各 C18 FAME の cis/trans 異性体群の分析を行いました。その結果を Fig. 2 に示します。C18:3n3 の異性体混合物の分離では、(9t, 12t, 15c) と (9t, 12c, 15t)、(9c, 12t, 15t) と (9c, 12c, 15t) の分離が不十分ですが、その他の FAME では all trans 体、all cis 体との分離を含め、全て十分な分離が得られました。このことから、CP-Sil 88 カラムが cis/trans 異性体が数多く存在する FAME の分析にとって、十分な分離能力を持つことを示しました。

C18:3n3 に見られる分離が不十分な FAME は、いずれも trans 体であり、cis 体 (18:3n3c) とは完全に分離できています。そのため、トランス脂肪酸含有量の計算には問題ありません。CP-Sil 88 カラムは、cis/trans 異性体の分離が必要な FAME の分析に十分に適合したカラムです。

4. おわりに

本アプリケーションノートでは、CP-Sil 88 カラムを用いて数多くの cis/trans 異性体を含む 50 種類以上の FAME を分析しました。その結果、得られたクロマトグラムから、CP-Sil 88 カラムが cis/trans 異性体の分離に十分な性能を持つことを示しました。

【GC-201108NI-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp